

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

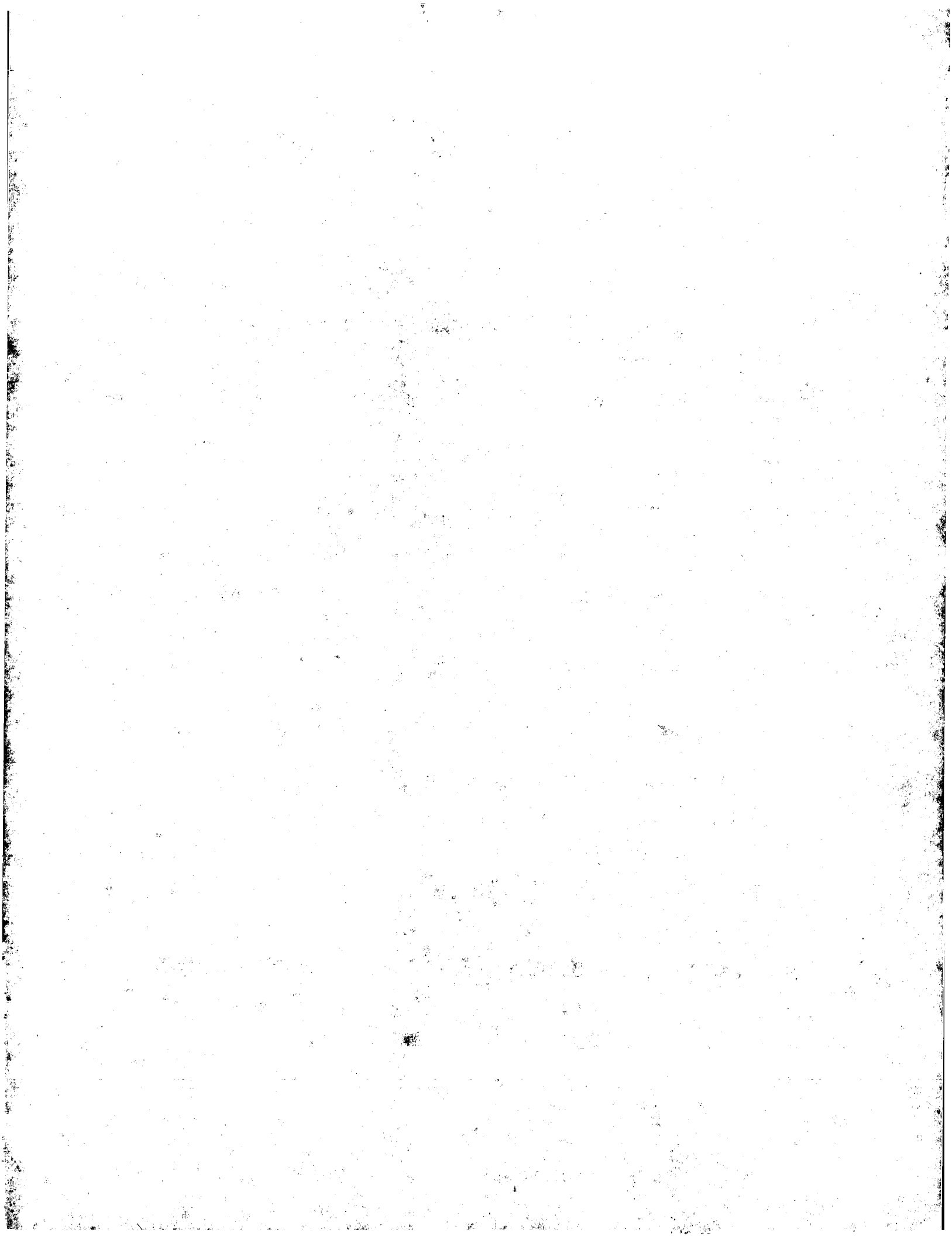
Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



**ETCHANT**

Patent Number: JP7183287  
Publication date: 1995-07-21  
Inventor(s): OGAWA KOJI  
Applicant(s): TOSHIBA CORP  
Requested Patent: JP7183287  
Application Number: JP19930347296 19931224  
Priority Number(s):  
IPC Classification: H01L21/308; C09K13/08; H01L21/66  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:**To supply an etchant in which presence or absence of a crystal defect of a wafer of Ga<sub>1</sub>-XAIXAs or GaAs can be evaluated without influence of Al mixed crystal rate.

**CONSTITUTION:**An etchant for etching a wafer of Ga<sub>1</sub>-XAIXAs or GaAs contains mixed solution of hydrogen peroxide acid, sulfuric acid, hydrogen fluoride, nitric acid and pure water. For example, the concentrations of the peroxide acid, the sulfuric acid, the fluoride, the nitric acid are respectively about 30%, about 96%, about 49% and about 99%, and the volumetric ratio of the peroxide acid, the sulfuric acid, the fluoride, the nitric acid and the pure water is respectively about 4 : about 1 ; about 8 and about 4.

:2  
Data supplied from the esp@cenet database - I2



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-183287

(43) 公開日 平成7年(1995)7月21日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/308		C		
C 0 9 K 13/08				
H 0 1 L 21/66		N 7630-4M		

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平5-347296

(22) 出願日 平成5年(1993)12月24日

(71) 出願人 000003078

株式会社東芝

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

(72) 発明者 小 川 浩 二

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地 株式会社  
東芝堀川町工場内

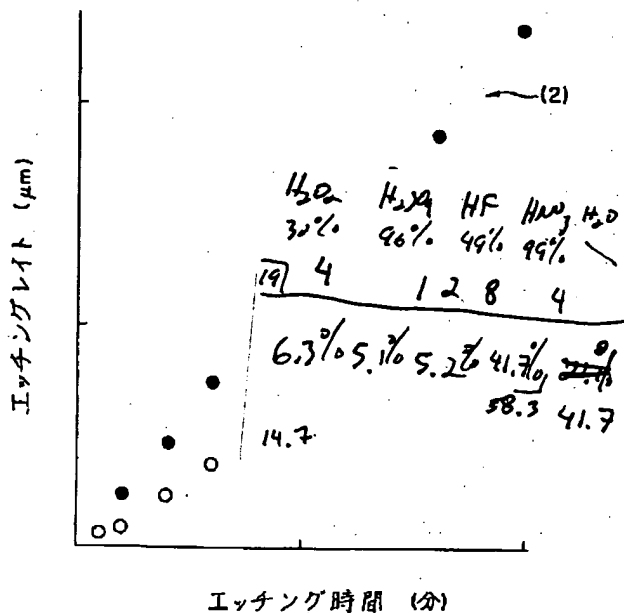
(74) 代理人 弁理士 佐藤 一雄 (外3名)

(54) 【発明の名称】 エッチャント

(57) 【要約】

【目的】 Al 混晶比率 x に影響されことなく Ga<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>As のウェーハまたは GaAs のウェーハの結晶欠陥の有無を評価することができるエッチャントを供給する。

【構成】 Ga<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>As または GaAs のウェーハをエッチングするためのエッチャントであって、過酸化水素酸、硫酸、弗化水素、硝酸および純水の混合液であることを特徴とする。例えば、過酸化水素酸、硫酸、弗化水素および硝酸の各々の濃度が略30%、略96%、略49%および略99%であり、過酸化水素酸、硫酸、弗化水素、硝酸および純水の容積比が略4:略1:略2:略8:略4である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】  $Ga_{1-x}Al_xAs$  または  $GaAs$  のウエーハをエッチングするためのエッチャントであって、過酸化水素酸、硫酸、弗化水素、硝酸および純水の混合液であることを特徴とするエッチャント。

【請求項2】 前記混合液は、過酸化水素酸、硫酸、弗化水素、硝酸および純水のモル濃度の比が略6：略48：略49：略396：略200で混合されていることを特徴とする請求項1に記載のエッチャント。

【請求項3】 過酸化水素酸、硫酸、弗化水素および硝酸の各々の濃度が略30%、略96%、略49%および略99%であり、過酸化水素酸、硫酸、弗化水素、硝酸および純水の容積比が略4：略1：略2：略8：略4であることを特徴とする請求項1に記載のエッチャント。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、化合物半導体のウエーハをエッチングするためのエッチャントに係り、特に  $Ga_{1-x}Al_xAs$  または  $GaAs$  のウエーハをエッチングするためのエッチャントに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 化合物半導体である  $Ga_{1-x}Al_xAs$  のウエーハは、半導体レーザ、LED、高速FET (HEMT) や太陽電池等のデバイスに用いられている。ウエーハ中の結晶欠陥の存在はデバイスの動作を阻害するので、抑制する必要がある。

【0003】 ウエーハ中の結晶欠陥の有無を簡便に評価する場合、エッチャントを用いてエッチングすることが行われている。

【0004】 従来、 $GaAs$  の (100) ウエーハに対しては、360-400℃の熔融KOHがエッチャントとして用いられている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】  $GaAs$  ウエーハの (100) 面と交錯する転移等の格子欠陥の評価には360-400℃の熔融したKOHがエッチャントとして用いることができるが、360-400℃の熔融したKOHは、薄膜の (100) 面、(511) 面、(110) 面、(111) 面に対しては信頼性がないという問題点があった。

【0006】  $Ga_{1-x}Al_xAs$  ( $0.2 \leq x < 1$ ) のウエーハに対しては現在有効に適応できるエッチャントが無いという問題点があり、また、熔融したKOHがAlの混晶比率が低い ( $x < 0.2$ ) 場合に (100) 面に対して使用されることがあるが、Alの混晶比率が高い ( $x \geq 0.2$ ) 場合には信頼性がないという問題点があった。

【0007】 また、KOHは高温で溶かす必要があるので、作業に危険を伴うという問題点があった。

【0008】 なお、 $GaAs$  ウエーハの (100) 面の

エッチングには、ABエッチング液 (2ml  $H_2O$ , 1ml  $HF$ , 8mg  $AgNO_3$ , 1g  $CrO_3$ ) というエッチャントが公知であるが、このエッチャントを用いた場合には転移が線状リッジパターンとしてエッチングされ、計数可能なエッチピットを得られないという問題点があった。

【0009】 そこで本発明の目的は、上記従来技術の有する問題を解消し、 $Ga_{1-x}Al_xAs$  または  $GaAs$  のウエーハにおける薄膜の (100) 面の他に、(511) 面、(110) 面、(111) 面の結晶欠陥の評価にも有効なエッチャントを提供することである。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するために、本発明のエッチャントは、 $Ga_{1-x}Al_xAs$  または  $GaAs$  のウエーハをエッチングするためのエッチャントであって、過酸化水素酸、硫酸、弗化水素、硝酸および純水の混合液であることを特徴とする。

【0011】 また、前記混合液は、過酸化水素酸、硫酸、弗化水素、硝酸および純水のモル濃度の比が略6：略48：略49：略396：略200で混合されていることが好適である。

【0012】 また、過酸化水素酸、硫酸、弗化水素および硝酸の各々の濃度が略30%、略96%、略49%および略99%であり、過酸化水素酸、硫酸、弗化水素、硝酸および純水の容積比が略4：略1：略2：略8：略4であることが好適である。

## 【0013】

【実施例】 以下に本発明のエッチャントの実施例を図面を参照して説明する。濃度が各々略30%、略96%、略49%および略99%である過酸化水素酸、硫酸、弗化水素および硝酸と、純水とをまず用意する。次に、過酸化水素酸、硫酸、弗化水素、硝酸および純水の容積比が略4：略1：略2：略8：略4になるようにして、耐酸性容器中でこれらを混合する。このようにして作成された混合液として、本実施例のエッチャントが得られる。

【0014】 次に、本実施例のエッチャントを用いて  $GaAs$  または  $Ga_{1-x}Al_xAs$  のウエーハをエッチングした結果について説明する。耐酸性容器に本実施例のエッチャントを300-400ccとり、 $GaAs$  または  $Ga_{1-x}Al_xAs$  のウエーハの鏡面である被エッチング面を上側にして浸し、このエッチャントを攪拌しながら2乃至5分間、常温下でエッチングした。

【0015】 また、以下に述べるウエーハ断面の転移の伝播の観察には、ウエーハを劈開した (110) の被エッチング面を上側にして支持台に載置してエッチャントに浸し、同様に攪拌しながらエッチングを行った。

【0016】 酢酸や水を多くすると反応が減り、多くすると反応が増すので、ウエーハの種類、ドーパントの種類、欠陥の種類等に応じて、酢酸や水の量を加減してエ

ツチングを行う。

【0017】図1に、GaAsまたは $Ga_{1-x}Al_xAs$ のウエーハをエッチングする場合のエッチングレイトを、本実施例によるエッチャントを用いた場合(1)と、従来の溶解KOH(370℃)を用いた場合(2)とについて示す。図1からわかるように、本実施例によるエッチャントを用いた場合(1)は、従来の溶解KOH(370℃)を用いた場合(2)に比べて、エッチングレイトが小さい。したがって、本実施例によるエッチャントを用いることにより、エッチングされる厚さを高精度に制御でき、また極めて薄い膜厚のエッチングを行うことができる。

【0018】図2は、 $Ga_{1-x}Al_xAs$ ウエーハにおけるAl混晶比率 $x$ が0.1の場合について、本実施例のエッチャントを用いてエッチングした場合(1)と、従来の溶解KOH(370℃)を用いた場合(2)とで、エッチピットを1:1の対応の有無を示す写真である。番号1乃至番号5によってエッチピットが示されている。図2からわかるように、Al混晶比率 $x$ が0.1の場合については、従来の溶解KOH(370℃)を用いた場合(2)でも、本実施例のエッチャントを用いてエッチングした場合(1)と同様に、明瞭にエッチピットが識別される。

【0019】一方、図3は、Al混晶比率 $x$ が0.2の場合について、本実施例のエッチャントを用いてエッチングした場合(1)と、従来の溶解KOH(370℃)を用いた場合(2)とで、エッチピットを1:1の対応の有無を示す写真である。

【0020】図3(2)からわかるように、Al混晶比率 $x$ が0.2の場合については、従来の溶解KOH(370℃)を用いた場合(2)には、ウエーハの面が荒れていることが認められる。さらに、Al混晶比率 $x$ が0.2より大きい場合では、従来の溶解KOH(370℃)を用いた場合(2)には、エッチピットの観察が不可能になった。

【0021】これに対して、本実施例のエッチャントを用いた場合には、図3(1)からわかるように、Al混晶比率 $x$ が0.1の場合と同様に、エッチピットを明瞭に識別することができる。Al混晶比率 $x$ が0.2より大きい場合でも、本実施例のエッチャントを用いた場合には、同様エッチピットを明瞭に識別することができた。

【0022】以上のように、本実施例のエッチャントを用いることにより、従来の溶解KOH(370℃)を用いた場合にエッチピットの明瞭な識別が不可能であるAl混晶比率 $x$ が0.2以上の場合についても、エッチピットを明瞭に識別することができ、識別できる度合いはAl混晶比率 $x$ の値に影響されない。

【0023】次に、図4を参照して、ウエーハ断面の転移の伝播の観察した結果について説明する。上述したよ

うに、劈開した(110)の被エッチング面を上側にし支持台に載置してエッチャントに浸し、攪拌しながらエッチングを行った。図4に示すように、ウエーハは、GaAs基板4の上にP-GaAs層3が層設され、P-GaAs層3の上にN-GaAs層2が層設され、N-GaAs層2の上に、Al混晶比率 $x$ が0.2の $Ga_{1-x}Al_xAs$ 層1が層設されて構成されている。

【0024】図4に示すエビウエーハの断面(110)を、本実施例のエッチャントを用いてエッチングした場合(1)と、従来の溶解KOH(370℃)を用いてエッチングした場合(2)とで、ウエーハにおけるGaAs基板4、P-GaAs層3、N-GaAs層2、 $Ga_{1-x}Al_xAs$ 層1の間の転移を比較観察した。この結果、従来の溶解KOHを用いた場合には全く転移を観察できなかった。これに対して、本実施例によるエッチャントを用いた場合には、図4においてdによって示されるように、N-GaAs層2と $Ga_{1-x}Al_xAs$ 層1との間に転移の存在が観察された。また、図示しないが、本実施例のエッチャントを用いることにより他の層の間にも転移が生じた場合を観察することができた。また、(511)面、(111)面に対しても、同様に結晶欠陥の有無を評価できることが確認された。

【0025】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のエッチャントによれば、Al混晶比率 $x$ に影響されることなく $Ga_{1-x}Al_xAs$ のウエーハまたはGaAsのウエーハの結晶欠陥の有無を評価することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】GaAsまたは $Ga_{1-x}Al_xAs$ のウエーハをエッチングする場合のエッチングレイトを、本発明によるエッチャントを用いた場合(1)と、従来の溶解KOH(370℃)を用いた場合(2)とについて示す図。

【図2】 $Ga_{1-x}Al_xAs$ ウエーハにおけるAl混晶比率 $x$ が0.1の場合について、本発明によるエッチャントを用いてエッチングした場合(1)と、従来の溶解KOH(370℃)を用いた場合(2)とで、エッチピットを1:1の対応の有無を示す写真。番号1乃至番号5によってエッチピットを示す。

【図3】Al混晶比率 $x$ が0.2の場合について、本発明によるエッチャントを用いてエッチングした場合(1)と、従来の溶解KOH(370℃)を用いた場合(2)とで、エッチピットを1:1の対応の有無を示す写真。

【図4】エビウエーハの断面(110)を、本発明によるエッチャントを用いてエッチングした場合(1)と、従来の溶解KOH(370℃)を用いてエッチングした場合(2)とで、層間の転移を比較観察した写真。

【符号の説明】

1  $Ga_{1-x}Al_xAs$ 層

(4)

特開平7-183287

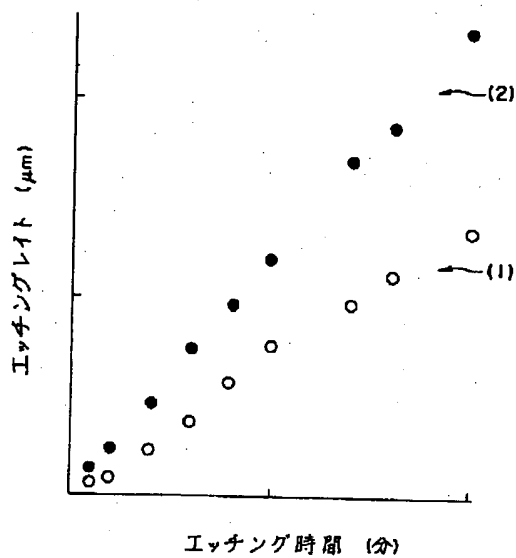
5

6

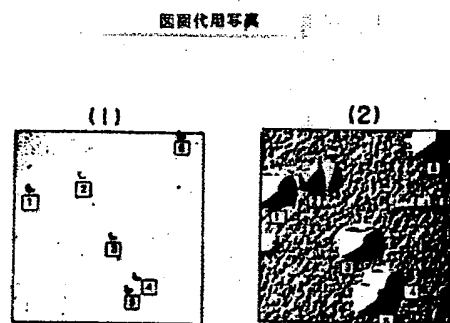
2 N-GaAs層  
3 P-GaAs層

4 GaAs基板

【図1】

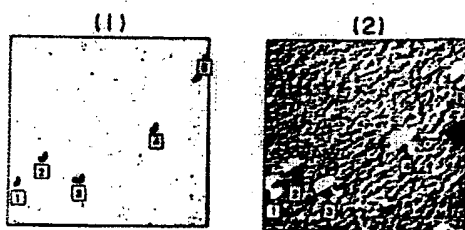


【図2】



【図3】

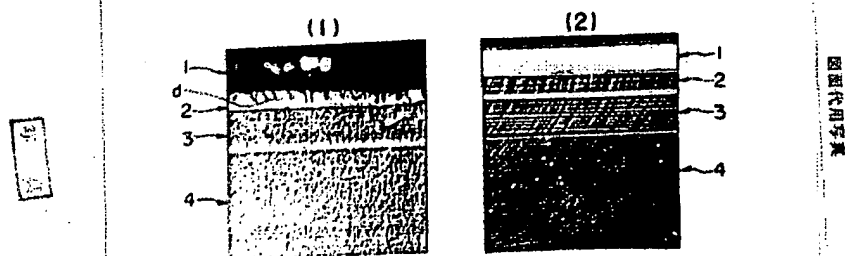
図面代用写真



写真



【図4】



## 【手続補正書】

【提出日】平成6年6月22日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】図面の簡単な説明

【補正方法】変更

## 【補正内容】

## 【図面の簡単な説明】

【図1】GaAsまたは $Ga_{1-x}Al_xAs$ のウェーハをエッチングする場合のエッチングレイトを、本発明によるエッチャントを用いた場合(1)と、従来の熔融KOH(370℃)を用いた場合(2)とについて示す図。

【図2】 $Ga_{1-x}Al_xAs$ ウェーハにおけるAl混晶比率 $x$ が0.1の場合について、本発明によるエッチ

ャントを用いてエッチングした場合(1)と、従来の熔融KOH(370℃)を用いた場合(2)とで、エッチピットを1:1の対応の有無を示す顕微鏡写真。番号1乃至番号5によってエッチピットを示す。

【図3】Al混晶比率 $x$ が0.2の場合について、本発明によるエッチャントを用いてエッチングした場合(1)と、従来の熔融KOH(370℃)を用いた場合(2)とで、エッチピットを1:1の対応の有無を示す顕微鏡写真。

【図4】エピウエーハの断面(110)を、本発明によるエッチャントを用いてエッチングした場合(1)と、従来の熔融KOH(370℃)を用いてエッチングした場合(2)とで、層間の転移を比較観察した顕微鏡写真。

